

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-315242

(43)Date of publication of application : 13.11.2001

(51)Int.Cl.

B32B 7/02

G02B 1/11

G02B 1/10

(21)Application number : 2000-139822

(71)Applicant : SUMITOMO CHEM CO LTD
SUMITOMO OSAKA CEMENT CO LTD

(22)Date of filing : 12.05.2000

(72)Inventor : MUTO KIYOSHI
AKATA KATSUMI
TAKAHASHI KENJI
KATOU HIROTSUGU

(54) REFLECTION PREVENTING BASE MATERIAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a reflection preventing base material provided with a reflection preventing layer having sufficient scratch resistance and hard to easily peel.

SOLUTION: The reflection preventing base material is constituted by laminating a high refractive index layer formed by curing a coating film comprising a composition of a component (A): a compound having two or more unsaturated double bonds and polymerizable by the irradiation with active energy rays or an oligomer thereof, a component (B): an organosilicon compound a polymer thereof or hydrolysate thereof, and a component (C): particles of at least one metal oxide selected from zirconium oxide, titanium oxide, tin oxide and antimony oxide; and a low refractive index layer comprising cured matter of an organosilicon compound on the surface of a base material in this order.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-315242
(P2001-315242A)

(43) 公開日 平成13年11月13日 (2001.11.13)

(51) Int.Cl.	識別記号	F I	テマコード (参考)
B 3 2 B 7/02	1 0 3	B 3 2 B 7/02	1 0 3 2 K 0 0 9
G 0 2 B 1/11		G 0 2 B 1/10	A 4 F 1 0 0
1/10			Z

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2000-139822 (P2000-139822)

(22) 出願日 平成12年5月12日 (2000.5.12)

(71) 出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(71) 出願人 000183266

住友大阪セメント株式会社

東京都千代田区六番町6番地28

(72) 発明者 武藤 清

大阪府高槻市塚原2丁目10番1号 住友化学工業株式会社内

(74) 代理人 100093285

弁理士 久保山 隆 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 反射防止基材

(57) 【要約】

【課題】 十分な耐擦傷性を備え、容易には剥離し難い反射防止層を備えた反射防止基材を提供する。

【解決手段】 以下の成分 (A)、成分 (B) および成分 (C) の組成物からなる被膜が硬化されてなる高屈折率層と、有機ケイ素化合物の硬化物からなる低屈折率層とがこの順で基材の表面に積層されてなることを特徴とする反射防止基材。

成分 (A) : 不飽和二重結合を2個以上有し活性化エネルギー線を照射することにより重合可能な化合物またはそのオリゴマー

成分 (B) : 有機ケイ素化合物、その重合体または加水分解生成物

成分 (C) : 酸化ジルコニウム、酸化チタン、酸化スズおよび酸化アンチモンから選ばれる少なくとも1種の金属酸化物の粒子

【特許請求の範囲】

【請求項1】以下の成分(A)、成分(B)および成分(C)を含有する被膜が硬化されてなる高屈折率層と、有機ケイ素化合物の硬化物からなる低屈折率層とがこの順で基材の表面に積層されてなることを特徴とする反射防止基材。

成分(A): 不飽和二重結合を2個以上有し活性化エネルギー線を照射することにより重合可能な化合物またはそのオリゴマー

成分(B): 有機ケイ素化合物、その重合体または加水分解生成物

成分(C): 酸化ジルコニウム、酸化チタン、酸化スズおよび酸化アンチモンから選ばれる少なくとも1種の金属酸化物の粒子

【請求項2】高屈折率層が、成分(A)、成分(B)および成分(C)の合計量100重量部当たり、成分(A)を20~80重量部、成分(B)を1~20重量部、成分(C)を10~70重量部それぞれ含有する被膜が硬化されてなる層である請求項1に記載の反射防止基材。

【請求項3】基材が、表面にハードコート層を有する樹脂基材である請求項1に記載の反射防止基材。

【請求項4】以下の成分(A)、成分(B)および成分(C)からなることを特徴とする組成物。

成分(A): 不飽和二重結合を2個以上有し活性化エネルギー線を照射することにより重合可能な化合物またはそのオリゴマー

成分(B): 有機ケイ素化合物、その重合体または加水分解生成物

成分(C): 酸化ジルコニウム、酸化チタン、酸化スズおよび酸化アンチモンから選ばれる少なくとも1種の金属酸化物の粒子

【請求項5】成分(A)、成分(B)および成分(C)の合計量100重量部当たり、成分(A)を20~80重量部、成分(B)を1~20重量部、成分(C)を10~70重量部それぞれ含む請求項4に記載の組成物。

【請求項6】請求項4に記載の組成物を基材の表面に塗布して被膜を得、該被膜に活性化エネルギー線を照射することを特徴とする高屈折率層の形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、反射防止基材に関する。

【0002】

【従来の技術】基材の表面に反射防止層を設けた反射防止基材は、光学部品として有用である。

【0003】従来から、かかる反射防止基材として、基材の表面に高屈折率層と低屈折率層とがこの順に積層されてなる反射防止層が設けられたものが知られている。ここで、高屈折率層は基材の屈折率よりも大きな屈折率

を示す層であり、低屈折率層は高屈折率層よりも小さい屈折率を示す層である。これら高屈折率層と低屈折率層とは、一体となって反射防止層を形成している。高屈折率層および低屈折率層の厚みは、通常、屈折率(n)と厚み(d)との積である光学膜厚($n \times d$)がそれぞれ可視光の波長(λ)の概ね $1/4$ ($\lambda/4$)程度や、 $1/2$ ($\lambda/2$)程度となるように調整される。

【0004】ここで、高屈折率層としては、基材の表面にコーティング用組成物を塗布後硬化させた層が知られている。ここで、コーティング用組成物としては、分子中に不飽和二重結合を2個以上有する化合物と金属アルコキシドとの組成物などが知られている(特開平8-297201号公報など)。また、低屈折率層としては、有機ケイ素化合物の硬化物からなる層が知られている(特開昭63-4201号公報など)。

【0005】しかし、かかる高屈折率層と低屈折率層とからなる反射防止層が基材の表面に設けられた反射防止基材は、耐擦傷性に劣ったり、反射防止層が剥離し易い傾向にあった。

20 【0006】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明者らは、十分な耐擦傷性を備え、容易には剥離し難い反射防止層を備えた反射防止基材を開発するべく鋭意検討した結果、分子中に2個以上の不飽和二重結合を有する化合物および金属酸化物の粒子に加えて有機ケイ素化合物を含有する組成物を塗布後硬化させて得た高屈折率層と、有機ケイ素化合物を硬化させて得た低屈折率層とからなる反射防止層を備えた反射防止基材は、反射防止層に傷がつきにくく、しかも反射防止層が剥離しにくいことを見出し、本発明に至った。

30 【0007】

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、以下の成分(A)、成分(B)および成分(C)を含有する被膜が硬化されてなる高屈折率層と、有機ケイ素化合物の硬化物からなる低屈折率層とがこの順で基材の表面に積層されてなることを特徴とする反射防止基材を提供するものである。

【0008】成分(A): 不飽和二重結合を2個以上有し活性化エネルギー線を照射することにより重合可能な化合物またはそのオリゴマー

成分(B): 有機ケイ素化合物、その重合体または加水分解生成物

成分(C): 酸化ジルコニウム、酸化チタン、酸化スズおよび酸化アンチモンから選ばれる少なくとも1種の金属酸化物の粒子

40 【0009】

【発明の実施の形態】本発明の反射防止基材は、高屈折率層と低屈折率層とが基材の表面に積層されており、これら高屈折率層および低屈折率層は反射防止層を構成している。

【0010】高屈折率層は、上記成分(A)、成分(B)および成分(C)を含む被膜が硬化されてなる層である。成分(A)は、不飽和二重結合を2個以上有する化合物である。かかる化合物は、活性化エネルギー線を照射されることにより重合することができる。活性化エネルギー線としては、電子線、紫外線、放射線などが挙げられる。このような化合物としては、例えば多官能アクリレート化合物などが挙げられる。ここで、多官能アクリレート化合物とは、分子中に2個以上のアクリロ

イルオキシ基および/またはメタクロイルオキシ基(以下、アクリロイルオキシ基とメタクロイルオキシ基とをまとめて(メタ)アクリロイルオキシ基と呼ぶ。)を有する化合物が挙げられる。

【0011】かかる多官能アクリレート化合物としては、例えばエチレングリコールジアクリレート、ジエチレングリコールジアクリレート、1,6-ヘキサンジオールジアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、トリメチロールエタントリアクリレート、テトラメチロールメタントリアクリレート、テトラメチロールメタント

トラアクリレート、ペンタグリセロールトリアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、ペンタエリスリトールテトラアクリレート、グリセリントリアクリレート、ジペンタエリスリトールトリアクリレート、ジペンタエリスリトールテトラアクリレート、ジペンタエリスリトールペンタアクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート、トリス(アクリロイルオキシエチル)イソシアヌレート、

【0012】エチレングリコールジメタクリレート、ジエチレングリコールジメタクリレート、1,6-ヘキサンジオールジメタクリレート、ネオペンチルグリコールジメタクリレート、トリメチロールプロパントリメタクリレート、トリメチロールエタントリメタクリレート、テトラメチロールメタントリメタクリレート、テトラメチロールメタントテトラメタクリレート、ペンタグリセロールトリメタクリレート、ペンタエリスリトールトリメタクリレート、ペンタエリスリトールテトラメタクリレート、グリセリントリメタクリレート、ジペンタエリスリトールトリメタクリレート、ジペンタエリスリトールペンタメタクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサメタクリレート、トリス(アクリロイルオキシエチル)イソシアヌレート、

【0013】ホスファゼン化合物のホスファゼン環に(メタ)アクリロイルオキシ基が導入されたホスファゼン系(メタ)アクリレート化合物、分子中に2個以上のイソシアネート基を有するポリイソシアネート化合物と1個以上の(メタ)アクリロイルオキシ基および1個以上の水酸基を有するポリオール化合物とを反応させて得られるウレタン(メタ)アクリレート化合物、分子中に

2個以上のカルボニル基を有するカルボン酸ハロゲン化合物と1個以上の(メタ)アクリロイルオキシ基を有するポリオール化合物とを反応させて得られるポリエステル(メタ)アクリレート化合物などが挙げられる。これらの化合物は、それぞれ単独または2種以上を混合して用いられる。成分(A)は、上記各化合物の2量体、3量体などのオリゴマーであってもよい。

【0014】成分(A)は、市販されているものを用いることもできる。市販されている成分(A)としては、例えば「NKエステル A-TMM-3L」(新中村化学(株)製、テトラメチロールメタントリアクリレート)、「NKエステル A-9530」(新中村化学(株)製、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート)、「KAYARAD DPCAシリーズ」(日本化薬(株)製、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレートの誘導体)、「アロニックス M-8560」(東亜合成(株)製、ポリエステルアクリレート化合物)、「ニューフロンティアTEICA」(第一工業製薬(株)製、トリス(アクリロイルオキシエチル)イソシアヌレート)、「PPZ」(共栄社化学(株)製、ホスファゼン系メタクリレート化合物)などが例示される。

【0015】また、溶剤と混合された状態で市販されているものを用いることもでき、かかる市販品としては、例えばアロニックス UV3701」(東亜合成(株)製)、「ユニディック 17-813」(大日本インキ化学工業(株)製)、「NKハードM-101」(新中村化学(株)製)などが挙げられる。

【0016】成分(B)は、有機ケイ素化合物またはその重合体であるが、ここで有機ケイ素化合物としては、アルコキシシラン化合物、ハロゲン化シラン化合物、アシロキシシラン化合物、シラザン化合物などが挙げられる。かかる有機ケイ素化合物は、その分子中にアルキル基、アリール基、ビニル基、アリル基、(メタ)アクリロイルオキシ基、エポキシ基、アミノ基、メルカプト基などの置換基を有していてもよい。

【0017】かかる有機ケイ素化合物としては、例えばテトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラクロロシラン、メチルトリメトキシシラン、メチルトリクロロシラン、フェニルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン、N-(β -アミノエチル)- γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、N-(β -アミノエチル)- γ -アミノプロピルメチルジメトキシシラン、 γ -メルカプトプロピルメチルジメトキシシラン、 γ -メルカプトプロピルメチルジメトキシシラン、 γ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -メタクリロキシプロピルメチルジメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルメチ

ルジメトキシシランなどのアルコキシシラン化合物、ヘキサメチルジシラザンなどのシラザン化合物などが挙げられ、これらはそれぞれ単独または2種以上を混合して用いられる。

【0018】成分(B)は、かかる有機ケイ素化合物の単量体であってもよいし、2量体~10量体程度のオリゴマーまたは重合度が10を超えるポリマーなどのような重合体であってもよい。また、成分(B)は、上記有機ケイ素化合物が加水分解された加水分解生成物であってもよい。加水分解生成物は、上記有機ケイ素化合物に塩酸、リン酸、酢酸などの酸または水酸化ナトリウム、酢酸ナトリウムなどの塩基を加えることにより生成させることができる。

【0019】成分(C)は、酸化ジルコニウム、酸化チタン、酸化スズおよび酸化アンチモンから選ばれる少なくとも1種の金属酸化物の粒子である。かかる粒子は、その一次粒子径が通常0.1 μ m以下、好ましくは0.05 μ m以下であり、通常は0.001 μ m以上である。一次粒子径が0.05 μ mを超えると得られる高屈折率層の透明性が低下する傾向にある。かかる粒子は1種を用いてもよいし、2種以上を組合せて用いてもよい。

【0020】本発明の反射防止基材における高屈折率層は、かかる成分(A)、成分(B)および成分(C)からなる被膜が硬化されてなるものであるが、かかる被膜は、成分(A)、成分(B)および成分(C)の合計量100重量部当たり、成分(A)を通常20~80重量部、好ましくは30~60重量部、成分(B)を通常1~20重量部、好ましくは3~15重量部、成分(C)を通常10~70重量部、好ましくは40~70重量部それぞれ含有する。成分(A)の含有量が20重量部未満であると得られる反射防止層の硬度が小さくなる傾向にあり、80重量部を超えると得られる高屈折率層の屈折率が小さくなる傾向にある。成分(B)の含有量が1重量部未満であっても20重量部を超えても得られる反射防止層の硬度が小さくなる傾向にある。成分(C)の含有量が10重量部未満であると屈折率が小さくなる傾向にあり、70重量部を超えると得られる反射防止層の硬度が小さくなる傾向にある。

【0021】高屈折率層の厚みは基材の屈折率、高屈折率層の屈折率、低屈折率層の屈折率、厚みなどに応じて適宜選択されるが、通常は0.01~0.5 μ m程度である。0.01 μ m未満であると反射率が大きくなる傾向にある。また0.5 μ mを超えると反射率が大きくなると共に、高屈折率層および基材の屈折率によっては干渉による虹模様が現れ易くなる傾向にある。高屈折率層は、通常、成分(A)の硬化物中に成分(B)および成分(C)が分散された構造の層となる。

【0022】本発明の反射防止基材は、かかる高屈折率層の上に低屈折率層が積層されている。低屈折率層は、

有機ケイ素化合物の硬化物からなる層であり、高屈折率層の屈折率よりも小さい屈折率を示す。有機ケイ素化合物としては、成分(B)として上記したと同様の有機ケイ素化合物が挙げられる。また、有機ケイ素化合物の硬化物には、上記有機化合物の重合体または加水分解生成物の硬化物も含まれる。

【0023】かかる低屈折率層は、シリカ粒子を含有していてもよい。シリカ粒子としては、その粒子径が一次粒子径で通常0.3~100nmであり、コロイド状に分散してシリカゾルを形成し得る粒子が好ましく使用される。粒子径が100nmを超えると透明性が低下し易い傾向にある。かかるシリカ粒子は、多孔質であってもよい。シリカ粒子を用いる場合、その使用量はシリカ粒子および有機ケイ素化合物(酸化ケイ素(SiO_2)に換算)の合計量100重量部当たり60重量部以下であり、通常は0.01重量部以上である。

【0024】低屈折率層の厚みは基材の屈折率、高屈折率層の屈折率、厚み、低屈折率層の屈折率などに応じて適宜選択されるが、通常は0.01~0.5 μ m程度である。0.01 μ m未満であったり0.05 μ mを超えると反射防止基材の反射率が大きくなる傾向にある。

【0025】基材としては、例えばアクリル樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリスチレン、スチレン-アクリル共重合体、アクリロニトリル-スチレン共重合体、トリアセチルセルロース樹脂などからなる樹脂基材、無機ガラスなどの無機基材などが挙げられる。

【0026】基材は、板(シート)、フィルムなどのように表面が平面である基材であってもよいし、凸レンズ、凹レンズなどのように表面が曲面である基材であってもよい。また、表面に細かな凹凸が設けられていてもよい。

【0027】基材が樹脂基材である場合には、その表面にハードコート層を有していてもよい。ハードコート層としては、例えば2個以上の官能基を有する化合物からなる被膜が硬化されてなる層が挙げられる。

【0028】官能基としては、(メタ)アクリロイルオキシ基などのような不飽和二重結合を有する基、エポキシ基、シラノール基などの置換基が挙げられる。中でも不飽和二重結合を有する基は、紫外線、電子線などのような活性化エネルギー線を照射することにより容易に硬化し得る点で、好ましく用いられる。不飽和二重結合を有する基を2個以上有する化合物としては、例えば成分(A)として上記したと同様の化合物が挙げられる。かかる化合物は、溶剤に希釈された状態で「ハードコート剤」として市販されているものを使用することもでき、市販の「ハードコート剤」として具体的には、市販されている成分(A)として前記したと同様のものが挙げられる。

【0029】ハードコート層は通常の方法、例えばハードコート剤を樹脂基材の表面に塗布することにより被膜

とし、これに活性化エネルギー線を照射することにより設けることができる。塗布方法としては、例えばマイクログラビアコート法、ロールコート法、ディッピングコート法、スピンコート法、ダイコート法、キャスト転写法、スプレーコート法などが挙げられる。

【0030】ハードコート層の厚みは通常0.5~50 μm 程度、好ましくは1~20 μm 程度である。0.5 μm 未満であると耐擦傷性が不十分となる傾向にあり、50 μm を超えるとハードコート層に亀裂が発生し易くなる傾向にある。

【0031】かかるハードコート層は、帯電防止性のハードコート層であってもよい。帯電防止性のハードコート層としては、例えば導電性粒子が分散されたハードコート層、界面活性剤を含有するハードコート層等が挙げられる。

【0032】導電性粒子が分散されたハードコート層としては、不飽和二重結合を2個以上有する化合物が硬化されてなる硬化被膜に導電性粒子が分散されてなる層などが挙げられる。導電性粒子としては、例えばスズ、アンチモン、チタン、インジウムなどの金属の酸化物や、これらの金属の複合酸化物、例えばインジウムスズ複合酸化物(ITO、Indium Tin Oxide)などの粒子が挙げられる。導電性粒子の粒子径は、一次粒子径で通常、0.001~0.1 μm 程度である。0.1 μm を超えると透明性が低下する傾向にある。

【0033】このようなハードコート層は、ハードコート剤として導電性粒子を含有するハードコート剤、界面活性剤を含有するハードコート剤などを基材の表面に塗布後、硬化させる方法により設けることができる。導電性粒子を含有するハードコート剤としては、例えば「シントロンC-4456」(神東塗料(株)製)、「スミセファイン R-311」(住友大阪セメント(株)製)などが市販されている。かくして得られるハードコート層は、帯電防止性能を永久的に持続させることも可能である。

【0034】本発明の反射防止基材は、かかる基材の表面に高屈折率層と低屈折率層とがこの順に積層されているものであるが、かかる反射防止基材は、例えば基材の表面に成分(A)、成分(B)および成分(C)を含有する組成物を塗布して被膜を得、該被膜に活性化エネルギー線を照射することにより高屈折率層を形成し、次いで有機ケイ素化合物を含有する組成物を塗布して被膜を得、該被膜を硬化させることにより製造することができる。

【0035】成分(A)、成分(B)および成分(C)を含む組成物は、溶剤によって希釈されていてもよい。溶剤としては、成分(A)、成分(B)、成分(C)を溶解または分散し得、塗布後揮発し得るものであれば特に限定されるものではなく、これが塗布される基材の材質、形状、塗布方法などに応じて適宜選択されるが、例

えばメタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、n-ブタノール、2-ブタノール、イソブタノール、tert-ブタノールなどのアルコール類、ジアセトンアルコール、2-エトキシエタノール、2-ブトキシエタノール、3-メトキシプロパノール、1-メトキシ-2-プロパノール、1-エトキシ-2-プロパノールなどのアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンなどのケトン類、トルエン、キシレンなどの芳香族類、酢酸エチル、酢酸ブチルなどのエステル類などが挙げられる。溶剤の使用量は、基材の材質、形状、塗布方法、目的とする高屈折率層の厚みなどに応じて適宜選択されるが、通常は成分

(A)、成分(B)および成分(C)の合計量100重量部当たり50~10000重量部程度である。

【0036】かかる高屈折率層を形成するための組成物は、重合開始剤、増感剤、安定化剤、酸化防止剤、着色剤などの添加剤を含有していてもよい。重合開始剤としては、例えばフェニルケトン系化合物、ベンゾフェノン系化合物などの通常の重合開始剤を挙げることができ、例えば「イルガキュア 907」(2-メチル-1-[4-(メチルチオ)フェニル]-2-モルホリノプロパン-1-オン)、「イルガキュア 184」(1-ヒドロキシクロヘキシルフェニルケトン)、「ダロキュア 1173」(以上、チバスペシャリティーケミカルズ(株)製)、「エザキュア KIP100F」(日本シーベルヘグナー(株)製)などが挙げられる。

増感剤としては、例えば「エザキュア EDB」(日本シーベルヘグナー(株)製)などが挙げられる。重合開始剤や増感剤は、組成物を基材表面に塗布後、活性化エネルギー線を照射することにより速やかに硬化させるために含有される。

【0037】かかる組成物を基材の表面に塗布することにより成分(A)、成分(B)および成分(C)を含む組成物からなる被膜が形成される。基材の表面に組成物を塗布するには、通常と同様の方法、例えばマイクログラビアコート法、ロールコート法、ディッピングコート法、スピンコート法、ダイコート法、キャスト転写法、スプレーコート法などの方法により塗布すればよい。

【0038】次いで、この被膜に活性化エネルギー線を照射する。活性化エネルギー線としては、例えば紫外線、電子線、放射線などが挙げられ、成分(A)の種類に応じて適宜選択される。活性化エネルギー線の照射時間は得に限定されないが、通常は0.1~60秒程度の範囲である。また、活性化エネルギー線は、通常、10~40℃程度の雰囲気下で照射することができる。組成物が溶剤を含有する場合、活性化エネルギー線は、被膜が溶剤を含有した状態のまま照射してもよいし、溶剤を揮発させた後に照射してもよい。

【0039】次いで有機ケイ素化合物を含有する組成物を塗布して被膜を得る。有機ケイ素化合物を含有する組

成物としては、例えば有機ケイ素化合物と溶剤との混合物が用いられる。リカ粒子をさらに含有する組成物を用いることにより、有機ケイ素化合物の硬化物中にシリカ粒子が分散された低屈折率層を得ることができる。

【0040】かかる組成物に用いられる溶剤としては、有機ケイ素化合物を溶解し、塗布後揮発し得、シリカ粒子を用いる場合にはこれを分散し得るものであれば特に限定されるものではなく、高屈折率層の種類、基材の材質、形状、塗布方法などに応じて適宜選択されるが、本発明のコーティング用組成物における同様の溶剤を用いることができる。

【0041】かかる組成物は、反応促進剤、安定化剤、酸化防止剤、着色剤などの添加剤を含有していてもよい。また、有機ケイ素化合物として、その加水分解生成物を用いる場合には、塩酸、リン酸、酢酸などの酸または水酸化ナトリウム、酢酸ナトリウムなどの塩基などを組成物に加えてもよい。

【0042】塗布方法は、通常と同様の方法、例えばマイクログラビアコート法、ロールコート法、ディッピングコート法、スピンコート法、ダイコート法、キャスト転写法、スプレーコート法などの方法が挙げられる。かくして有機ケイ素化合物を含有する組成物からなる被膜が形成される。

【0043】次いで該被膜を硬化させる。硬化させるには、例えば加熱すればよい。加熱温度、加熱時間は用いる有機ケイ素化合物の種類、使用量などに応じて適宜選択される。かくして基材の表面に高屈折率層および低屈折率層からなる反射防止層が設けられた反射防止基材を得るが、かかる反射防止基材は反射防止層の硬度が十分であるので耐擦傷性に優れており、光学部品として有用である。

【0044】

【発明の効果】本発明の反射防止基材は、十分な硬度を備えていて耐擦傷性に優れている。また、高屈折率層を形成する際に用いる成分(A)、成分(B)および成分(C)を含有する組成物は、比較的低温でも硬化し得て高屈折率層を形成することができるので、反射防止層を構成する高屈折率層を形成するためのコーティング用組成物として好適に用いることができる。

【0045】

【実施例】以下、実施例により本発明をより詳細に説明するが、本発明がこれら実施例に限定されるものではない。なお、実施例で得た反射防止基材は、以下の方法で評価した。

(1) 反射率

反射防止基材の反射防止層側とは反対側の面をスチールウールで粗面化し、黒色ペンキを塗って乾燥し、次いで反射防止層側の面の入射角度5°における絶対鏡面反射スペクトルを紫外線可視分光光度計〔「UV-3100」、島津製作所製〕を用いて測定し、反射率が最小値

を示す波長とその反射率の最小値を求めた。

(2) 耐擦傷性

ガーゼに49N/cm²の圧力を加えながら反射防止基材の反射防止層が設けられた側の表面を往復させて、目視で表面に傷が確認されるまでの往復回数で評価した。

(3) 密着性

JIS K 5400に記載の「基盤目テープ法」に従って反射防止層側の表面に設けた基盤目100個当たりの剥離数で評価した。

【0046】実施例1

(1) ハードコート層の形成

アクリル樹脂板〔「スミベックス E」、住友化学工業(株)製、厚み2mm〕の一方の面にハードコート剤をディップコート法(引上げ速度50cm/分)にて塗布し、40℃で10分間乾燥した後、紫外線を照射してハードコート層を設けた。このハードコート層は、帯電防止性能を有している。ハードコート剤は、導電性粒子を含有するハードコート剤〔「スミセファインR-311」、住友大阪セメント(株)製、100重量部当たり、アンチモンがドーパされた酸化スズ粒子(平均一次粒子径5nm)を1.5重量部、ジベンタエリスリトールヘキサアクリレート(16.5重量部、シクロヘキシルアクリレート(5重量部、N-ビニルピロリドン(4重量部、2-メチル-1-[4-(メチルチオ)フェニル]-2-モルホリノプロパン-1-オン〔重合開始剤〕を3重量部、メチルエチルケトン(45重量部およびジアセトンアルコール(15重量部含有する組成物)53.6重量部に、ジベンタエリスリトールヘキサアクリレート〔「NKエステル A9530」、新中村化学(株)製〕(6.9重量部)、メチルエチルケトン(10.8重量部)およびジアセトンアルコール(24.2重量部)を加えて混合して得たハードコート剤(a)を用いた。

【0047】(2) 高屈折率層の形成

このハードコート層を有するアクリル樹脂板のハードコート層の上に、ペンタエリスリトールトリアクリレート〔成分(A)〕(1.0重量部)、テトラエトキシシラン〔成分(B)〕(0.1重量部)、平均一次粒子径0.01μmである酸化ジルコニウムの粒子〔成分(C)〕(1.7重量部)、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン〔重合開始剤〕(0.2重量部)およびイソブチルアルコール〔溶剤〕(97重量部)を混合して得たコーティング用組成物(b)をディップコート法(引上げ速度20cm/分)により塗布し、40℃で10分間乾燥したのち、紫外線を照射して、高屈折率層を設けた。

【0048】(3) 低屈折率層の形成

上記で設けた高屈折率層の上に、テトラエトキシシラン〔有機ケイ素化合物〕(0.8重量部)、エタノール〔溶剤〕(98.4重量部)および0.1N塩酸(10

0.0cm³あたり0.1モルのHClを含有する水溶液)0.8重量部を混合して得た組成物(c)をディップコート法(引上げ速度20cm/分)により塗布し、室温で5分間乾燥したのち、80℃で20分間加熱して低屈折率層を設け、反射防止基材を得た。

【0049】この反射防止基材は、アクリル樹脂板の表面にハードコート層が設けられており、該層の上に高屈折率層および低屈折率層がこの順に設けられている。この反射防止基材の評価結果を表1に示す。また、この反射防止基材の反射スペクトルを図1に示す。

【0050】実施例2

実施例1と同様にしてアクリル樹脂板の表面にハードコート層を設けた。このハードコート層を有するアクリル樹脂板のハードコート層の上に、実施例1で得た組成物(b)に代えて、平均一次粒子径が0.01μmである酸化ジルコニウム粒子〔成分(C)〕(1.7重量部)、ペンタエリスリトールヘキサアクリレート〔成分(A)〕(1.0重量部)、テトラメトキシシランオリゴマー(「MKCシリケート MS51」、三菱化学(株))〔成分(B)〕(0.1重量部)、イソブチルアルコール〔溶剤〕(97重量部)、1-ヒドロキシシク*

*ロヘキシルーフェニルケトン〔重合開始剤〕(0.2重量部)を混合して得たコーティング用組成物(d)を用いる以外は実施例1と同様に操作して高屈折率層を設け、次いで低屈折率層を設けて反射防止基材を得た。この反射防止基材の評価結果を表1に示す。

【0051】比較例1

実施例1と同様にしてアクリル樹脂板の表面にハードコート層を設けた。このハードコート層を有するアクリル樹脂板のハードコート層の上に、実施例1で得た組成物(b)に代えて、平均一次粒子径が0.01μmである酸化ジルコニウム粒子〔成分(C)〕(1.7重量部)、ペンタエリスリトールヘキサアクリレート〔成分(A)〕(1.0重量部)、イソブチルアルコール〔溶剤〕(97重量部)、1-ヒドロキシシクロヘキシルーフェニルケトン〔重合開始剤〕(0.3重量部)を混合して得たコーティング用組成物(e)を用いる以外は実施例1と同様に操作して高屈折率層を設け、次いで低屈折率層を設けて反射防止基材を得た。この反射防止基材の評価結果を表1に示す。

【0052】

【表1】

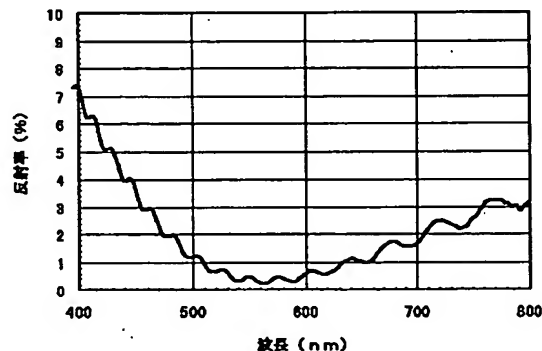
	反射率が最小値を示す 波長 (nm)	反射率 (%)	耐擦傷性	密着性
実施例1	564	0.23	100往復以上	0(剥離なし)
実施例2	592	0.24	100往復以上	0(剥離なし)
比較例1	578	0.23	10往復	25

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1で得た反射防止基材の反射スペクトル※

※を示す図であり、横軸は波長を、縦軸は反射率をそれぞれ示す。

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 赤田 勝己
愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学
工業株式会社内
(72)発明者 高橋 賢次
千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ
メント株式会社内
(72)発明者 加藤 博貢
千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ
メント株式会社内

Fターム(参考) 2K009 AA05 AA15 BB02 BB14 BB24
CC03 CC09 CC24 CC42 DD02
DD05 EE03
4F100 AA17A AA21A AA28A AH06A
AH06B AK01C AK25 AK28A
AK52A AL05A AR00A AR00B
AT00C BA03 BA07 EH462
EJ082 EJ522 GB90 JB14A
JK06 JK09 JM02A JN06
JN18A JN18B